

BEST AVAILABLE COPY

10/573012

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/ES2004/000418

International filing date: 23 September 2004 (23.09.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: ES
Number: P200302203
Filing date: 23 September 2003 (23.09.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 12 June 2006 (12.06.2006)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



CERTIFICADO OFICIAL

Por la presente certifico que los documentos adjuntos son copia exacta de la solicitud de PATENTE DE INVENCION número P 200302203 , que tiene fecha de presentación en este Organismo 2003-09-23

INDICACIÓN DE PRIORIDAD: El código del país con el número de su solicitud de prioridad, que ha de utilizarse para la presentación de solicitudes en otros países en virtud del Convenio de París, es: ES200302203

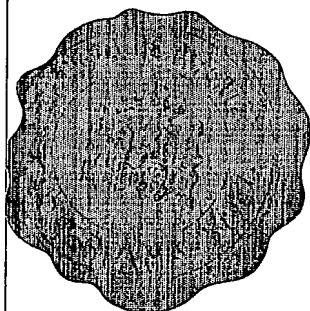
Madrid, 6 de Junio de 2006

El Director del Departamento de Patentes
e Información Tecnológica

P.D.

C.G.

CARLOS GARCÍA NEGRETE





MINISTERIO
DE CIENCIA
Y TECNOLOGÍA



Oficina Española
de Patentes y Marcas

INSTANCIA DE SOLICITUD

NUMERO DE SOLICITUD

P200302203

'03 SEP 23 11:41

FECHA Y HORA DE PRESENTACIÓN EN LA O.E.P.M.

FECHA Y HORA PRESENTACIÓN EN LUGAR DISTINTO O.E.P.M.

(4) LUGAR DE PRESENTACIÓN **CÓDIGO**
Madrid **28**

(1) MODALIDAD

☒ **PATENTE DE INVENCION** ☐ **MODELO DE UTILIDAD**

(2) TIPO DE SOLICITUD

- ☐ ADICIÓN A LA PATENTE
☐ SOLICITUD DIVISIONAL
☐ CAMBIO DE MODALIDAD
☐ TRANSFORMACIÓN SOLICITUD PATENTE EUROPEA
☐ PCT: ENTRADA FASE NACIONAL

(3) EXPED. PRINCIPAL O DE ORIGEN:
MODALIDAD

NUMERO SOLICITUD
FECHA SOLICITUD

(5) SOLICITANTE(S): APELLIDOS O DENOMINACIÓN SOCIAL
SENER GRUPO DE INGENIERIA, S.A.

NOMBRE

NACIONALIDAD
ESPAÑOLA

CÓDIGO PAIS
ES

DNI/CIF
A48914113

CNAE PYME

(6) DATOS DEL PRIMER SOLICITANTE

DOMICILIO **Severo Ochoa, 4 PTM**

LOCALIDAD **TRES CANTOS**

PROVINCIA **MADRID**

PAIS RESIDENCIA **ESPAÑA**

NACIONALIDAD **ESPAÑA**

TELEFONO

FAX

CORREO ELECTRONICO

CÓDIGO POSTAL **28760**

CÓDIGO PAIS **ES**

CÓDIGO NACION **ES**

(7) INVENTOR (ES):

APELLIDOS

NOMBRE

NACIONALIDAD

CÓDIGO
PAIS
ES

ANGULO ARAMBURU

JERONIMO

ESPAÑOLA

(8)

☐ EL SOLICITANTE ES EL INVENTOR

☒ EL SOLICITANTE NO ES EL INVENTOR O ÚNICO INVENTOR

(9) MODO DE OBTENCIÓN DEL DERECHO:

☒ INVENC. LABORAL

☐ CONTRATO

☐ SUCESIÓN

(9) TÍTULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA REGENERAR ACEITES USADOS POR DESMETALIZACIÓN Y DESTILACIÓN

(11) EFECTUADO DEPÓSITO DE MATERIA BIOLÓGICA:

☐ SI

☒ NO

(12) EXPOSICIONES OFICIALES: LUGAR

(13) DECLARACIONES DE PRIORIDAD:
PAIS DE ORIGEN

CÓDIGO
PAIS

NÚMERO

FECHA

FECHA

(14) EL SOLICITANTE SE ACOGE AL APLAZAMIENTO DE PAGO DE TASAS PREVISTO EN EL ART. 162. LEY 11/86 DE PATENTES ☐

(15) AGENTE/REPRESENTANTE: NOMBRE Y DIRECCIÓN POSTAL COMPLETA. (SI AGENTE P.I., NOMBRE Y CÓDIGO) (RELLÉNSE, ÚNICAMENTE POR PROFESIONALES)
CARPINTERO LOPEZ, FRANCISCO, 403/0, ALCALA, 35, MADRID, MADRID, 28014, ESPAÑA

(16) RELACIÓN DE DOCUMENTOS QUE SE ACOMPAÑAN:

☒ DESCRIPCIÓN. Nº DE PÁGINAS: **17**

☒ Nº DE REIVINDICACIONES: **4**

☒ DIBUJOS. Nº DE PÁGINAS: **1**

☐ LISTA DE SECUENCIAS Nº DE PÁGINAS: **0**

☒ RESUMEN

☐ DOCUMENTO DE PRIORIDAD

☐ TRADUCCIÓN DEL DOCUMENTO DE PRIORIDAD

☒ DOCUMENTO DE REPRESENTACIÓN

☒ JUSTIFICANTE DEL PAGO DE TASAS DE SOLICITUD

☐ HOJA DE INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

☐ PRUEBAS DE LOS DIBUJOS

☐ CUESTIONARIO DE PROSPECCIÓN

☒ OTROS: **diskete**

FIRMA DEL SOLICITANTE O REPRESENTANTE

FRANCISCO CARPINTERO LOPEZ

403/0

(VER COMUNICACIÓN)

FIRMA DEL FUNCIONARIO

NOTIFICACIÓN DE PAGO DE LA TASA DE CONCESIÓN:

Se le notifica que esta solicitud se considerará retirada si no procede al pago de la tasa de concesión; para el pago de esta tasa dispone de tres meses a contar desde la publicación del anuncio de la concesión en el BOPI, más los diez días que establece el art. 81 del R.D. 2245/1986

ILMO. SR. DIRECTOR DE LA OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

informacion@oepm.es

www.oepm.es

C/ PANAMÁ, 1 - 28071 MADRID

NO CUMPLIMENTAR LOS RECUADROS ENMARCADOS EN ROJO



MINISTERIO
DE CIENCIA
Y TECNOLOGÍA

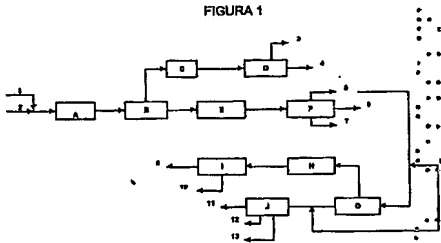


Oficina Española
de Patentes y Marcas

(12)

SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION

2200302203

(31) NÚMERO		DATOS DE PRIORIDAD		(32) FECHA		(33) PAÍS		(22) FECHA DE PRESENTACIÓN 23/09/2003	
(71) SOLICITANTE(S) SENER GRUPO DE INGENIERIA, S.A.		(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISORIA							
DOMICLIO Severo Ochoa, 4 PTM TRES CANTOS, MADRID, 28760, ESPAÑA		NACIONALIDAD ESPAÑA							
(72) INVENTOR(ES) JERONIMO ANGULO ARAMBURU									
(51) Int. Cl.⁷ C 10M 175/02		FIGURA 1 							
(54) TÍTULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA REGENERAR ACEITES USADOS POR DESMETALIZACIÓN Y DESTILACIÓN									
(57) RESUMEN PROCEDIMIENTO PARA REGENERAR ACEITES USADOS POR DESMETALIZACIÓN Y DESTILACIÓN La presente invención se refiere a un procedimiento para regenerar aceites usados de origen petrolífero que comprende las siguientes etapas: (a) desmetalización del aceite mineral usado mediante tratamiento químico de dicho aceite con una solución acuosa de un reactivo químico que contiene aniones que forman sales poco solubles con los metales del aceite, seguido de separación del aceite desmetalizado; (b) destilación del aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a) a presión atmosférica y en presencia de hidróxidos alcalinos; y (c) destilación del residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) a vacío y en presencia de hidróxidos alcalinos para obtener bases lubricantes.									

PROCEDIMIENTO PARA REGENERAR ACEITES USADOS POR
DESMETALIZACIÓN Y DESTILACIÓN

CAMPO DE LA INVENCION

5 La invención se relaciona, en general, con la
regeneración de aceites usados; operación industrial que
consiste en recuperar los aceites bases separándolos de
los aditivos así como de sus productos de degradación y
de los contaminantes adquiridos en su uso o recogida.
10 Más concretamente, la invención se refiere a un
procedimiento para regenerar aceites usados de origen
petrolífero por desmetalización y destilación.

15 Los aceites refinados de origen petrolífero que se
usan para fabricar lubricantes y otros aceites
industriales se denominan bases lubricantes.

20 Los lubricantes y otros aceites industriales se
formulan mezclando las bases lubricantes con aditivos,
algunos de los cuales contienen metales (Ca, Zn, etc.),
que les confieren las cualidades exigidas por el
servicio que han de prestar (resistencia a la oxidación,
a la cizalladura y a la temperatura, cualidades
emulsificantes y antiespumantes, poca variación de la
25 viscosidad con la temperatura, etc.).

30 Los aceites descartados, tras su servicio en
motores u otras máquinas, se denominan aceites usados.
La regeneración de aceites usados consiste en recuperar
las bases lubricantes separándolas de los aditivos así
como de sus productos de degradación (fracciones de
petróleo más ligeras como nafta y gas-oil, y más pesadas
como asfaltos y coque) y de los contaminantes adquiridos
en su uso o recogida, en talleres y estaciones de
35 petróleo, tales como disolventes agua y glicoles.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

La separación de los aditivos, productos de degradación y contaminantes de los aceites usados se realiza normalmente por procedimientos de destilación. En la patente WO 9407798 (Viscolube Italiana Sp, 1994) se describe un procedimiento típico de destilación que emplea temperaturas altas en la destilación a vacío (del orden de 350 °C) a fin de romper los aditivos, lo que también deteriora las bases lubricantes, que adquieren color y olor y contienen productos oxigenados. Para obtener bases lubricantes de calidad por destilación a alta temperatura es necesario recurrir a tratamientos de refino final por ácido y tierras o por hidrogenación, que son onerosos y complicados.

Además, las altas temperaturas empleadas producen ensuciamientos en los equipos industriales, lo que implica paradas del proceso para limpieza.

Como alternativa a la separación de los aditivos por destilación, se ha recurrido a la desmetalización química haciendo reaccionar los aditivos metálicos del aceite usado con reactivos que forman sales metálicas. Así, en la patente US 4247389 (Phillips Petroleum US, 1981) se trata el aceite usado con soluciones de fosfato amónico a temperaturas de 320-420 °C. Sin embargo, el tratamiento de desmetalización a estas temperaturas y la posterior destilación del aceite desmetalizado también producen olor y color, y generan productos poco estables, lo que obliga a tratar las bases obtenidas por hidrogenación o por adsorbentes, con los inconvenientes de estos procesos de refino final, ya indicados.

Por otra parte, existen algunas referencias del uso de los hidróxidos alcalinos en la regeneración de aceites usados. Así, en la patente DE 3433336 (BUSS AG, 1985) se utiliza el tratamiento con hidróxidos alcalinos de los aceites usados antes de proceder a la separación de los aditivos y los asfaltos por destilación.

Otros procedimientos utilizan el tratamiento alcalino de las fracciones lubricantes obtenidas después de separar los aditivos y los asfaltos por destilación (US 4834868, F. J. Lappin 1989, y WO 9826031, Sotulub, Túnez 1997); o por extracción con disolventes y destilación (PCT/ES02/00354 Sener España 2002), consiguiendo de esta forma bases lubricantes que no requieren tratamientos de refino final por ácido/tierras o hidrogenación.

Sin embargo, no se han encontrado antecedentes de procedimientos que utilicen tratamientos con hidróxidos alcalinos antes, durante o después de la desmetalización química de los aceites usados.

La presente invención consiste en un procedimiento de desmetalización química seguido de una destilación del producto desmetalizado en presencia de hidróxidos alcalinos, ambas realizadas a temperaturas moderadas y en condiciones tales que se obtienen bases lubricantes con buenas características de olor y color, acidez y corrosión a la lámina de cobre y cumpliendo otras especificaciones típicas de las bases lubricantes de primer refino.

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención tiene por objeto regenerar los aceites usados mediante un proceso de desmetalización química que no requiere tratamientos costosos de hidrogenación o por ácido y tierras, para conseguir bases lubricantes que cumplen las especificaciones de las bases de primer refino.

Es también objeto del procedimiento realizar la regeneración en condiciones moderadas de temperatura de forma que se eviten los ensuciamientos de los equipos y la necesidad de limpiezas frecuentes en las instalaciones de tratamiento del aceite usado.

Asimismo es objetivo del procedimiento que la regeneración se realice sin producir emisiones y olores, así como sin generar residuos sólidos contaminantes (residuos ácidos, tierras adsorbentes, etc.).

Finalmente, es también objetivo de la presente invención realizar la regeneración de aceites usados mediante un proceso industrial continuo que requiera baja inversión y que tenga costes de operación moderados, con rendimientos elevados, a fin de poder hacer competitivas instalaciones de capacidad moderada (15.000 - 30.000 t/a).

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención proporciona un procedimiento de regeneración de aceites minerales usados para la obtención de bases lubricantes que comprende las siguientes etapas:

- (a) desmetalización del aceite mineral usado mediante tratamiento químico de dicho aceite con una solución acuosa de un reactivo químico

que contiene aniones que forman sales poco solubles con los metales del aceite, seguido de separación del aceite desmetalizado;

- 5 (b) destilación del aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a) a presión atmosférica y en presencia de hidróxidos alcalinos; y
- (c) destilación del residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) a vacío y en presencia de hidróxidos alcalinos
- 10 para obtener bases lubricantes.

Dicho procedimiento puede realizarse en modo continuo o en modo discontinuo, preferentemente en modo continuo.

15 El término "sales poco solubles" en el contexto de la invención se refiere a sales que tienden a precipitar en el medio en el que se encuentran disueltas.

20 Se ha comprobado experimentalmente que la eliminación de los metales de los aditivos transcurre con rendimientos razonables de desmetalización (consiguiendo un contenido en metales del orden de 100 ppm), cuando los aceites se tratan con soluciones de

25 fosfatos amónicos (mono o diamónico) a temperaturas moderadas (120-180 °C), lo que permite realizar la operación sin deteriorar los aceites base, al no tener que recurrir a las temperaturas descritas en la bibliografía (del orden de 350 °C) para conseguir

30 rendimientos de desmetalización altos (contenido en metales inferior a 10 ppm). Otras sales amónicas, cuyo anión tiene la característica de formar sales insolubles o poco solubles en agua con los metales presentes en los aceites usados, son igualmente efectivas como reactivos

en la desmetalización. Así, por ejemplo, pueden utilizarse, además de los ya citados fosfato mono y diamónico, el fosfato triamónico, los sulfatos mono y diamónico, el bisulfato amónico y los polifosfatos amónicos o mezclas de dichas sales, cuyos aniones forman sales insolubles o poco solubles con los metales de los aditivos (principalmente Ca, Zn y Mg) o con otros metales presentes en los aceites usados (Pb, Fe, Cu y otros).

Así pues, en una realización particular del procedimiento de la invención, el reactivo químico empleado en la etapa (a) es una sal amónica; empleándose dicho reactivo en una proporción del 0,5 al 5% en peso de sal amónica con relación al aceite usado.

En otra realización particular, dicha sal amónica contiene aniones del grupo de los fosfatos y sulfatos, pudiendo ser dicha sal fosfato monoamónico o diamónico, o sulfato monoamónico o diamónico, o una mezcla de los mismos.

En una realización particular del procedimiento de la invención, el tratamiento químico de la etapa (a) se lleva a cabo de forma continua en reactores tubulares, o en uno o varios reactores de mezcla total en serie o en una combinación de ambos sistemas, y en los que la reacción se realiza a temperaturas comprendidas entre 120 y 180 °C, a presiones entre 3 y 11 bar y con tiempos de residencia en los reactores entre 10 y 120 minutos.

En otra realización del procedimiento de la invención, la separación de la etapa (a) se realiza en continuo mediante descompresión adiabática que produce

una vaporización súbita o "flash", de forma que se vaporice al menos una parte del agua y de los hidrocarburos y disolventes ligeros. Dichos hidrocarburos y disolventes ligeros se recogen y decantan tras su condensación.

El líquido obtenido tras la descompresión y vaporización súbita se enfría y se separa en un lodo que contiene las sales metálicas, una fase acuosa con el exceso de reactivo, y el aceite desmetalizado. La separación del aceite desmetalizado, del lodo de sales metálicas y de la fase acuosa con exceso de reactivo se realiza preferiblemente por centrifugación continua en una o dos etapas en serie.

Asimismo, se ha comprobado que cuando los aceites así desmetalizados se destilan a temperaturas moderadas en presencia de hidróxidos alcalinos, se consiguen bases lubricantes de calidad igual a la de las bases de primer refino, sin tener que recurrir a tratamientos de acabado por ácido y tierras o por hidrogenación, como es necesario cuando se utilizan temperaturas elevadas en la desmetalización y en la destilación.

Por tanto, en otra realización del procedimiento la invención, en la etapa (b) el aceite desmetalizado se destila en continuo a presión atmosférica en presencia de hidróxidos alcalinos, de forma que destilan los restos de agua, hidrocarburos y disolventes ligeros, juntamente con el amoniaco desprendido por el efecto de los hidróxidos alcalinos.

En otra realización particular, el destilado se somete a condensación, seguida de decantación, de tal

forma que se obtiene una fase orgánica que contiene hidrocarburos y disolventes ligeros, y una fase acuosa que contiene amoniaco. Los incondensables del destilado se lavan con agua o con solución acuosa de un ácido para
5 retener el amoniaco en solución acuosa, la cual se adiciona a la fase acuosa amoniaca obtenida previamente.

A fin de realizar esta destilación atmosférica de
10 forma simple y sometiendo el producto a la menor degradación posible, esta operación de destilación a presión atmosférica se realiza por calefacción indirecta mediante un fluido térmico a temperaturas inferiores a 300 °C. Preferiblemente, dicha destilación atmosférica
15 se realiza de forma continua sometiendo el aceite desmetalizado a vaporización súbita o "flash" a temperaturas comprendidas entre 200 y 300 °C.

Según otra realización del procedimiento de la
20 invención, en la etapa (c) el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) se destila a vacío en columna de rectificación de forma continua en presencia de hidróxidos alcalinos, preferentemente a una presión comprendida entre 2 a 10 mbar en cabeza de
25 columna y a una temperatura de la alimentación a la columna comprendida entre 310 a 335 °C, obteniéndose como cortes laterales un gasoil de vacío, una o varias fracciones de bases lubricantes y un residuo con características de fuel-oil o componente para asfalto.

30

Asimismo, en el procedimiento de la invención, para realizar la destilación a vacío de la etapa (c) en condiciones suaves (temperaturas inferiores a 330 °C), la columna de fraccionamiento opera preferiblemente a

baja presión (2 a 10 mbar en cabeza), con baja pérdida de carga (relleno en lugar de platos o placas perforadas) y con calentamiento de alimentación a la columna mediante un aceite térmico a una temperatura inferior a 385 °C en un cambiador de calor tubular con gran velocidad de paso a través de los tubos.

Análogamente, la destilación atmosférica de la etapa (b) se efectúa preferentemente en un cambiador de calor tubular con gran velocidad de paso a través de los tubos, siendo el fluido calefactor que circula por el exterior de los mismos un aceite térmico preferentemente a una temperatura inferior a 300 °C.

Así pues, en una realización particular de la invención, las destilaciones de las etapas (b) y (c), es decir la destilación a presión atmosférica y la destilación a vacío, se realizan en cambiadores de calor tubulares, en los que el aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a), o el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b), circula a gran velocidad por el interior de los tubos y en los que el fluido calefactor por el exterior de los mismos es un aceite térmico que circula preferentemente a temperaturas inferiores a 300 °C en la destilación atmosférica y a 385 °C en la destilación a vacío.

Otra característica del procedimiento reivindicado es el empleo de proporciones de hidróxidos alcalinos comprendidos entre 0,5 y 5% en peso de aceite, mayores que las descritas en la bibliografía (generalmente inferiores a 0,5% en peso), ya que se requiere suficiente hidróxido para desplazar el amoníaco contenido en el aceite desmetalizado.

Así, en otra realización particular del procedimiento de la invención, el hidróxido alcalino empleado en las etapas (b) y (c) es hidróxido sódico o hidróxido potásico, o una mezcla de ambos, que se añade preferentemente en una proporción del 0,5% al 5% en peso con relación al aceite desmetalizado, más preferentemente en una proporción del 0,5% al 3%, de forma que dicha adición se realiza en su totalidad antes de la destilación atmosférica, o bien parte antes de la destilación atmosférica y parte antes de la destilación a vacío.

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La figura 1 anexa ilustra el procedimiento de la invención, realizado de forma continua, tal y como se describe a continuación:

La corriente del aceite usado que se va a regenerar (1) y la de reactivo químico (2), fosfato amónico en solución acuosa, por ejemplo, se introducen en el dispositivo de reacción (A) donde se hacen reaccionar para formar las sales metálicas.

Como se ha comentado previamente, el dispositivo de reacción (A) puede ser un reactor tubular, uno o varios reactores agitados dispuestos en serie, o una combinación de ambos, donde preferiblemente se realiza la reacción a presión y de forma continua.

El producto que fluye del dispositivo de reacción (A) sufre una descompresión en (B) separándose unos vapores que se condensan en (C) y se decantan en dos fases en (D), dando lugar a una fase orgánica (3) de

hidrocarburos y disolventes ligeros (en el rango de la gasolina y el queroseno) y una fase acuosa (4).

5 El líquido resultante de la descompresión en (B) se
enfria en (E) y pasa al sistema de separación de fases
(F). Aunque el sistema de separación de fases (F) puede
ser una combinación de técnicas de decantación,
filtración y centrifugación, en el procedimiento de la
10 presente invención la separación de un lodo aceitoso que
contiene las sales metálicas (6), una fase acuosa con el
exceso de reactivo (7), y el aceite desmetalizado (5),
se consigue ventajosamente por centrifugación continua
en una o dos centrífugas en serie.

15 La solución acuosa que contiene el exceso de
reactivo (7) puede reciclarse, al menos en parte, para
preparar de nuevo el reactivo químico (1), en tanto que
la fase que contiene las sales metálicas (6) se envía a
un gestor de residuos para su posterior procesamiento.

20 El aceite desmetalizado (5), mezclado con la
solución de hidróxido alcalino (8) se somete a
destilación atmosférica en continuo en (G), obteniéndose
unos vapores que se condensan en (H) y se decantan en
25 (I), obteniéndose de este modo una fase orgánica (9) de
hidrocarburos y disolventes, de mayor punto de
ebullición que los separados en la corriente (3), en el
rango del queroseno y gas-oil ligero, y una fase acuosa
(10) que contiene el amoníaco desplazado por el reactivo
30 alcalino. Los incondensables que emite el decantador
(I), se lavan con agua o con una solución acuosa de un
ácido para retener el amoníaco que se adiciona a la
solución acuosa amoniacal (10) obtenida previamente.

El fondo de la destilación atmosférica, opcionalmente con una segunda adición de hidróxido alcalino (8), se somete a rectificación en una columna de destilación a vacío (J), separando así un gas-oil de vacío (11), uno o varios cortes laterales de bases lubricantes (12) (como, por ejemplo, SN-150 Y SN-350) y un fondo de columna (13) que tiene características de fuel-oil o de componente asfáltico.

10 EJEMPLOS

Los ejemplos que figuran a continuación ilustran el procedimiento sin que la forma concreta de su realización constituya una limitación a las posibilidades de la invención.

15 Como aceite usado se utiliza un producto de las siguientes características:

Color: oscuro

Viscosidad (ASTM D 445) a 100 °C: 13,3 cst.

20 Agua (ASTM D 95): 5% en peso

Metales: 3.500 ppm (Ca 1.750 ppm, Zn 854 ppm).

Destilación ASTM D 1160

P.I. = 228 °C

P.F.= 520 °C

25 Volumen destilado: 88%

Ejemplo n°1 (Tratamiento de desmetalización y destilación convencional)

30 Se mezclan 1000 g de aceite usado con una solución acuosa saturada que contiene 25 g de fosfato diamónico y se calientan durante 60 minutos a 150 °C en un autoclave a 6 bar provisto de agitación mecánica.

Tras la reacción, se descómprime el autoclave, condensando los vapores a través de un refrigerante y recogiendo un condensado acuoso del que, por decantación, se separan 20 g de hidrocarburos y productos clorados ligeros.

El contenido del autoclave, tras la descompresión, se enfría a temperatura ambiente y se centrifuga, separando 30 g de un lodo conteniendo los fosfatos metálicos (cinc, calcio, etc.), la fase acuosa conteniendo el exceso de fosfato amónico y 910 g de aceite desmetalizado conteniendo 123 ppm de metales (Zn: 30 ppm; Ca: 39 ppm).

Los 910 g de aceite desmetalizado se destilan a presión atmosférica hasta alcanzar 280 °C. Se obtienen así 35 g una fase orgánica (gas-oil ligero, disolventes, etc.) de la que se decanta el agua destilada quedando un residuo de destilación que contiene el aceite desmetalizado.

A continuación, se destila el residuo a vacío (15 mm de Hg) obteniéndose 61 g de gas-oil pesado, 393 g de aceite base ligero y 306 g de aceite base pesado quedando en el matraz de destilación un residuo de 114 g de fueloleo o componente asfáltico.

Los aceites base obtenidos tienen fuerte coloración (2,5 a 5,0), olor, acidez superior a 0,1 mg KOH/g y su espectro IR denota una notable concentración de productos oxigenados en la banda 1700 - 1730 cm^{-1} , requiriendo un tratamiento adicional por tierras adsorbentes o por hidrogenación, para cumplir las

especificaciones típicas de bases lubricantes de primer refino.

5 Para comprobar este aspecto se tomaron 250 cm³ del
aceite SN-350 obtenido (color: 5,5, acidez: 0,14) y se
trataron con 4% de tierras de diatomeas y 1% de CaO
durante 20 minutos a 130 °C; tras la reacción se enfrió
la mezcla y se filtró por una placa de vidrio
sinterizado.

10 El aceite obtenido tenía color 2,5, acidez: 0,04 y
ligero olor.

15 El rendimiento en fracciones lubricantes es del 74%
en peso sobre el aceite usado de partida en base seca,
antes de estos tratamientos adicionales con tierras, y
del 72% tras el tratamiento con tierras.

20 El ejemplo n° 1 muestra que realizando la
destilación del aceite desmetalizado en condiciones de
baja temperatura se consigue un aceite base con buenos
rendimientos, pero con características que todavía
exigen un tratamiento final con tierras o por
hidrogenación.

25 Ejemplo n°2 (Tratamiento según el procedimiento
reivindicado)

30 Se desmetalizan 1000 g de aceite usado tal como se
ha indicado en el ejemplo 1.

Los 910 g de aceite desmetalizado se mezclan con
solución saturada de hidróxido potásico conteniendo 25 g

de hidróxido potásico y se destilan a presión atmosférica hasta alcanzar 280 °C.

5 El destilado se recoge sobre agua para retener el amoniaco desprendido. Se obtiene así una solución amoniacal conteniendo 15 g de amoniaco, de la que se decantan 33 g de una fase orgánica conteniendo el queroseno, gas-oil ligero y los disolventes.

10 El residuo de la destilación atmosférica conteniendo el hidróxido sódico añadido previamente, se somete a rectificación a vacío (2 mm Hg), obteniéndose 55 g de aceite spindel (SN-80), 400 g de aceite base ligero (SN-150) y 235 g de aceite base pesado (SN 350),
15 quedando como residuo 200 g. El rendimiento en bases lubricantes es del 67% en peso sobre aceite usado en base seca.

20 Los aceites base obtenidos tienen características típicas de productos de primer refinó y cumplen las especificaciones habituales del mercado para estos productos, sin necesidad de tratamientos ulteriores, tal como se indica a continuación:

25

	<u>SN-150</u>	<u>SN-350</u>	<u>SN-80</u>
Color (ASTM D 1500)	0,5+	1,5	0,5
Viscosidad cst a 40 °C (ASTM D445)	24	56	8,7
Acidez mg KOH/g (ASTM D664)	0,02	0,03	0,00
Agua % (Karl Fisher)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Punto de inflamación °C (ASTM D92)	236	243	----
Carbono Ramsbottom % (ASTM D524)	< 0,05	< 0,05	< 0,05

El ejemplo n° 2 demuestra que la desmetalización, seguida de una destilación, ambas realizadas en condiciones moderadas de temperatura y en presencia de un hidróxido alcalino, tal como se especifica en la
5 presente invención, da lugar a aceites base con las características típicas de los aceites base de primer refino.

5

6

7

8

REIVINDICACIONES

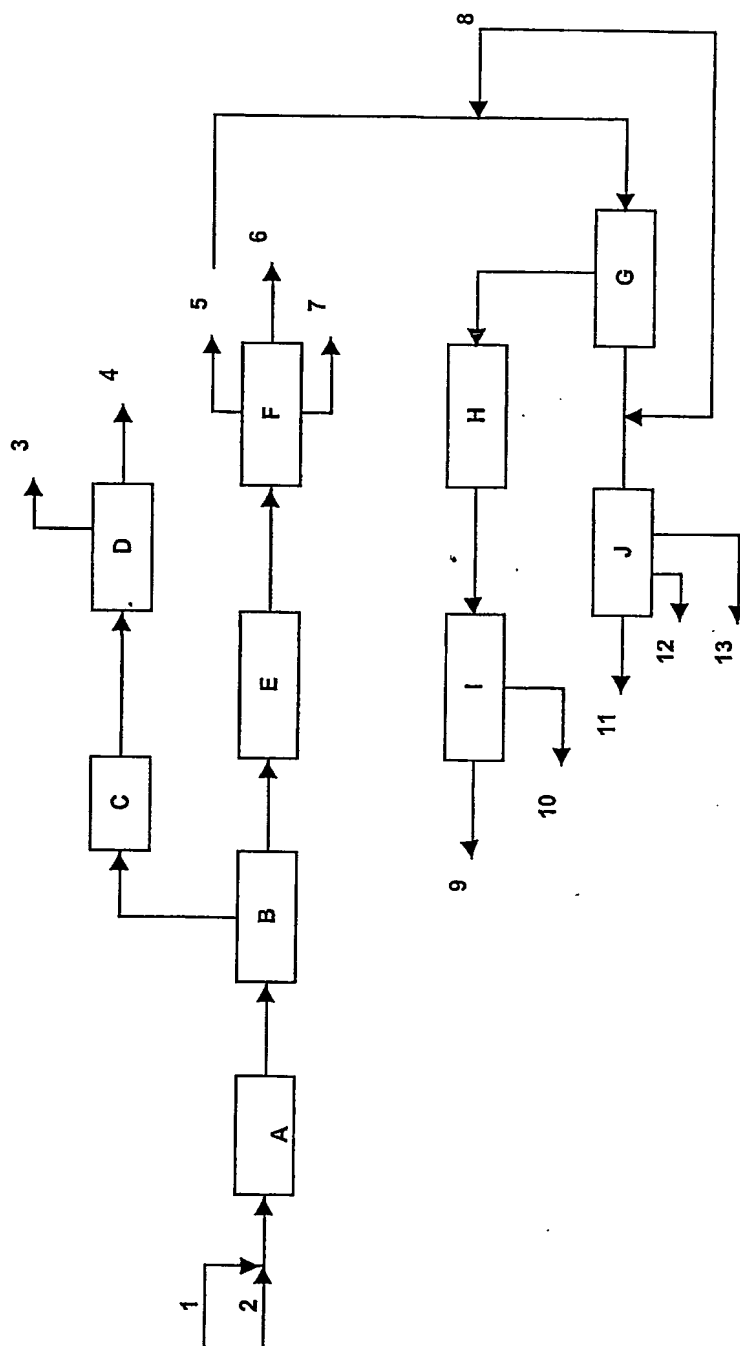
1. Procedimiento de regeneración de aceites minerales usados para la obtención de bases lubricantes que comprende las siguientes etapas:
 - (a) desmetalización del aceite mineral usado mediante tratamiento químico de dicho aceite con una solución acuosa de un reactivo químico que contiene aniones que forman sales poco solubles con los metales del aceite, seguido de separación del aceite desmetalizado;
 - (b) destilación del aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a) a presión atmosférica y en presencia de hidróxidos alcalinos; y
 - (c) destilación del residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) a vacío y en presencia de hidróxidos alcalinos para obtener bases lubricantes.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el reactivo químico empleado en la etapa (a) es una sal amónica; y porque dicho reactivo se emplea en una proporción del 0,5 al 5% en peso de sal amónica con relación al aceite usado.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la sal amónica contiene aniones del grupo de los fosfatos y sulfatos, pudiendo ser dicha sal fosfato monoamónico o diamónico, o sulfato monoamónico o diamónico, o una mezcla de los mismos.
4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (a) el tratamiento

- químico se lleva a cabo de forma continua en reactores tubulares, o en uno o varios reactores de mezcla total en serie o en una combinación de ambos sistemas; y en los que la reacción se realiza a temperaturas comprendidas entre 120 y 180 °C, a presiones entre 3 y 11 bar y con tiempos de residencia en los reactores entre 10 y 120 minutos.
- 5
- 10 5. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (a) la separación se realiza en continuo mediante una vaporización súbita o "flash", de forma que se vaporiza al menos una parte del agua y de los hidrocarburos y disolventes ligeros, que se recogen y decantan tras su condensación, y se obtiene un líquido que, tras enfriamiento, se separa en un lodo que contiene las sales metálicas, una fase acuosa con el exceso de reactivo y el aceite desmetalizado.
- 15
- 20 6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la separación del lodo que contiene las sales metálicas, la fase acuosa con el exceso de reactivo y el aceite desmetalizado se realiza por centrifugación continua en una o dos etapas en serie.
- 25
- 30 7. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (b) el aceite desmetalizado se destila en continuo a presión atmosférica en presencia de hidróxidos alcalinos, de forma que destilan los restos de agua, hidrocarburos y disolventes ligeros, juntamente con amoníaco desprendido por el efecto de los hidróxidos alcalinos.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el destilado se somete a condensación, seguida de decantación, de tal forma que se obtiene una fase orgánica que contiene hidrocarburos y disolventes ligeros y una fase acuosa que contiene amoniaco.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque los incondensables del destilado se lavan con agua o con solución acuosa de un ácido para retener el amoniaco en solución acuosa, la cual se adiciona a la fase acuosa obtenida en la reivindicación 8.
10. Procedimiento según las reivindicaciones 7-9, caracterizado porque la destilación atmosférica se realiza de forma continua mediante vaporización súbita o "flash" a temperaturas comprendidas entre 200 y 300 °C.
11. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (c) el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) se destila a vacío en columna de rectificación de forma continua en presencia de hidróxidos alcalinos, preferentemente a una presión comprendida entre 2 a 10 mbar en cabeza de columna y a una temperatura de la alimentación a la columna comprendida entre 310 a 335 °C, obteniéndose como cortes laterales un gasoil de vacío, una o varias fracciones de bases lubricantes y un residuo con características de fuel-oil o componente para asfalto.

12. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las destilaciones de las etapas (b) y (c) se realizan en cambiadores de calor tubulares, en los que el aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a), o el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b), circula a gran velocidad por el interior de los tubos y en los que el fluido calefactor por el exterior de los mismos es un aceite térmico que circula preferentemente a temperaturas inferiores a 300 °C en la destilación atmosférica y a 385 °C en la destilación a vacío.
13. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el hidróxido alcalino empleado en las etapas (b) y (c) es hidróxido sódico o hidróxido potásico, o una mezcla de ambos, que se añade preferentemente en una proporción del 0,5% al 5% en peso con relación al aceite desmetalizado, más preferentemente en una proporción del 0,5% al 3%, de forma que dicha adición se realiza en su totalidad antes de la destilación atmosférica, o bien parte antes de la destilación atmosférica y parte antes de la destilación a vacío.

FIGURA 1



1439 0003 6 03

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.